

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-284993

(43)Date of publication of application : 03.10.2002

(51)Int.Cl.

C08L 79/08

C08K 5/17

C09D179/08

H01B 3/30

(21)Application number : 2001-138302

(71)Applicant : HITACHI CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 09.05.2001

(72)Inventor : SAOTOME TAKEHIKO
YOTSUYA SEIICHI

(30)Priority

Priority number : 2000352952
2001010458Priority date : 20.11.2000
18.01.2001Priority country : JP
JP

(54) HEAT-RESISTANT RESIN COMPOSITION AND COATING

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain both a heat-resistant resin composition having a reduced amount of an organic solvent content, not causing the environmental pollution and deteriorating the operation environment, advantageous for safety and sanitation, having excellent characteristics of coating and coating film, and a coating comprising the resin composition as a coating film component.

SOLUTION: This heat-resistant resin composition is obtained by mixing (A) a polyamide-imide resin obtained by reacting a diisocyanate compound or a diamine compound with a tribasic acid anhydride or a tribasic acid chloride in a basic polar solvent with (B) a basic compound and (C) water and the amount of the basic compound in the component (B) mixed is 1-20 equivalents based on the acid number obtained by adding the carboxy group contained in the polyamide-imide resin in the component (A) to the carboxy group obtained by subjecting the acid anhydride group in the polyamide-imide resin to ring opening.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

09.05.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application
converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3491624

[Date of registration]

14.11.2003

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-284993

(P 2 0 0 2 - 2 8 4 9 9 3 A)

(43) 公開日 平成14年10月3日 (2002. 10. 3)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード (参考)
C08L 79/08		C08L 79/08	C 4J002
C08K 5/17		C08K 5/17	4J038
C09D179/08		C09D179/08	B 5G305
H01B 3/30		H01B 3/30	F
			M

審査請求 有 請求項の数 5 O L (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2001-138302 (P 2001-138302)	(71) 出願人	000004455 日立化成工業株式会社 東京都新宿区西新宿 2 丁目 1 番 1 号
(22) 出願日	平成13年 5 月 9 日 (2001. 5. 9)	(72) 発明者	五月女 毅彦 茨城県日立市東町四丁目13番 1 号 日立化 成工業株式会社山崎事業所内
(31) 優先権主張番号	特願2000-352952 (P2000-352952)	(72) 発明者	四家 聖一 茨城県日立市東町四丁目13番 1 号 日立化 成工業株式会社山崎事業所内
(32) 優先日	平成12年11月20日 (2000. 11. 20)	(74) 代理人	100086494 弁理士 穂高 哲夫
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
(31) 優先権主張番号	特願2001-10458 (P2001-10458)		
(32) 優先日	平成13年 1 月 18 日 (2001. 1. 18)		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐熱性樹脂組成物及び塗料

(57) 【要約】

【課題】 有機溶剤含有量を低減させ、環境汚染や作業環境の悪化がなく、安全衛生面に対して有利であり、かつ塗料及び塗膜特性が良好な耐熱性樹脂組成物及びこれを塗膜成分としてなる塗料を提供する。

【解決手段】 (A) 塩基性極性溶媒中で、ジイソシアネート化合物又はジアミン化合物と三塩基酸無水物又は三塩基酸無水物クロライドとを反応させて得られるポリアミドイミド樹脂と (B) 塩基性化合物と (C) 水とを配合してなり、(B) 成分の塩基性化合物が (A) 成分のポリアミドイミド樹脂中に含まれるカルボキシル基及びポリアミドイミド樹脂中の酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価に対して、1～20当量配合されている耐熱性樹脂組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 (A) 塩基性極性溶媒中で、ジイソシアネート化合物又はジアミン化合物と三塩基酸無水物又は三塩基酸無水物クロライドとを反応させて得られるポリアミドイミド樹脂と (B) 塩基性化合物と (C) 水とを配合してなり、(B) 成分の塩基性化合物が (A) 成分のポリアミドイミド樹脂中に含まれるカルボキシル基及びポリアミドイミド樹脂中の酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価に対して、1～20 当量配合されている耐熱性樹脂組成物。

【請求項 2】 (C) 成分の水が (A) 成分、(B) 成分及び (C) 成分の合計量に対して、5～99 重量%配合されている請求項 1 記載の耐熱性樹脂組成物。

【請求項 3】 ポリアミドイミド樹脂の数平均分子量が 5,000～50,000 で、かつ、カルボキシル基及び酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価が 10～100 である請求項 1 又は 2 記載の耐熱性樹脂組成物。

【請求項 4】 (B) 成分の塩基性化合物がアルキルアミン又はアルカノールアミンである請求項 1 又は 2 記載の耐熱性樹脂組成物。

【請求項 5】 請求項 1、2、3 又は 4 記載の耐熱性樹脂組成物を塗膜成分としてなる塗料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、耐熱性樹脂組成物及び塗料に関する。

【0002】

【従来の技術】ポリアミドイミド樹脂が優れた耐熱性、耐薬品性、機械的特性を有することは良く知られており、耐熱電線用塗料、金属表面保護塗料等として広く実用に供されている。ポリアミドイミド樹脂の一般的な製造法についても公知（例えば特公昭 44-19274 号公報）であるが、従来、この樹脂は一般の溶剤類には不溶性のため N-メチル-2-ピロリドン、ジメチルアセトアミド、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド等の高価な極性型の有機溶剤類に溶解し、有機溶剤型樹脂溶液として実用に供していた。

【0003】しかし、これらの有機溶剤型樹脂溶液は加熱及び乾燥工程において多量の溶剤を放出するため、大気汚染や水質汚染等の環境汚染や、人体への有害性や作業環境の悪化等の安全衛生面等で大きな問題となっている。

【0004】また、これらの有機溶剤は高価であるため、有機溶剤の多量な使用により樹脂溶液が高価になるという経済性の問題もある。さらに、これら極性溶媒は親水性であるがゆえに、塗装作業中に吸湿して部分的に樹脂が析出したり、場合によってはゲル化して、塗装作業性に支障をきたすような問題もある。

【0005】近年、環境保全に対する関心が高まり、有

機溶剤に代わり媒体に水を使用する水性樹脂溶液が注目されている。媒体に無害で安価な水を使用することは、環境汚染や安全衛生面だけでなく、経済性にも非常に有効である。また、親水性溶媒の一部又は全部を水で置換すれば、最初から組成物中に水分を含むわけであるから、吸湿の問題を回避することができ、したがって吸湿に起因する上述したような既存のポリアミドイミド組成物の欠点をなくすることができる。

【0006】従来のポリアミドイミド樹脂の水溶化方法としては、樹脂末端に残存するカルボキシル基と塩基性化合物を作用させることは良く知られている（例えば特公昭 60-6367 号公報、特公昭 60-6366 号公報等）。しかしながら、上記方法で得られた組成物は安定的な製造が困難であり、かつ、経日にてゲル化等の不具合が生じるため、実用化に至っていない。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、有機溶剤含有量を低減させ、環境汚染や作業環境の悪化がなく、安全衛生面に対して有利であり、かつ塗料及び塗膜特性が良好な耐熱性樹脂組成物及びこれを塗膜成分としてなる塗料を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、(A) 塩基性極性溶媒中で、ジイソシアネート化合物又はジアミン化合物と三塩基酸無水物又は三塩基酸無水物クロライドとを反応させて得られるポリアミドイミド樹脂と (B) 塩基性化合物と (C) 水とを配合してなり、(B) 成分の塩基性化合物が (A) 成分のポリアミドイミド樹脂中に含まれるカルボキシル基及びポリアミドイミド樹脂中の酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価に対して、1～20 当量配合されている耐熱性樹脂組成物に関する。

【0009】また、本発明は、前記の (C) 成分の水が (A) 成分、(B) 成分及び (C) 成分の合計量に対して、5～99 重量%配合されている耐熱性樹脂組成物に関する。また、本発明は、前記のポリアミドイミド樹脂の数平均分子量が 5,000～50,000 で、かつ、カルボキシル基及び酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価が 10～100 である耐熱性樹脂組成物に関する。

【0010】また、本発明は、前記の (B) 成分の塩基性化合物がアルキルアミン又はアルカノールアミンである耐熱性樹脂組成物に関する。

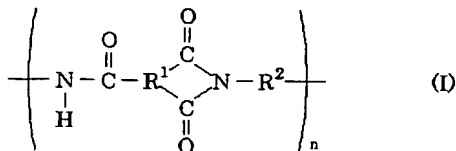
【0011】さらに、本発明は、前記の耐熱性樹脂組成物を塗膜成分としてなる塗料に関する。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明に用いられるポリアミドイミド樹脂は、一般式 (I) で示される繰り返し構造単位を有するものが好ましい。

【0013】

【化1】



〔式中、 R^1 は3価の有機基を表し、 R^2 は2価の有機基を表し、 n は整数を表す。〕

R^1 としては、芳香環を有する炭素数6～20の3価の有機基が好ましく、 R^2 としては、芳香環を有する炭素数6～20の2価の有機基が好ましい。 n は繰り返し構造単位(I)の数であり、 R^1 及び R^2 の構造によって異なるが、一般的に10～200とするのが好ましい。このようなポリアミドイミド樹脂は、塩基性極性溶媒中でジイソシアネート化合物又はジアミン化合物と三塩基酸無水物又は三塩基酸無水物クロライドとを反応させて得ることができる。塩基性極性溶媒としては、 N -メチル-2-ピロリドン等の高沸点溶媒を用いるのが好ましい。また、使用量に特に制限はないが、ジイソシアネート化合物又はジアミン化合物と三塩基酸無水物の総量100重量部に対して100～500重量部とするのが好ましい。反応温度は、通常、80～180℃である。

【0014】ジイソシアネート化合物又はジアミン化合物と三塩基酸無水物又は三塩基酸無水物クロライドは、それぞれ芳香族化合物を使用することが好ましい。上記製造法に用いられる代表的な化合物を次に列挙する。まず、ジイソシアネート化合物としては、4, 4'-ジフェニルメタンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、3, 3'-ジフェニルメタンジイソシアネート、パラフェニレンジイソシアネート等が挙げられる。また、ジアミンとしては、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、4, 4'-ジアミノジフェニルスルホン、3, 3'-ジアミノジフェニルスルホン、キシリレンジアミン、フェニレンジアミン等が挙げられる。

【0015】また、三塩基酸無水物としては、トリメリット酸無水物等が挙げられ、三塩基酸無水物クロライドとしては、トリメリット酸無水物クロライド等が挙げられる。ポリアミドイミド樹脂を合成する際に、ジカルボン酸、テトラカルボン酸二無水物等をポリアミドイミド樹脂の特性を損なわない範囲で同時に反応させることができる。ジカルボン酸としては、テレフタル酸、イソフタル酸、アジピン酸等が挙げられ、テトラカルボン酸二無水物としては、ピロメリット酸二無水物、ベンゾフェノンテトラカルボン酸二無水物、ピフェニルテトラカルボン酸二無水物等が挙げられる。

【0016】前記ジイソシアネート化合物又はジアミン化合物と三塩基酸無水物又は三塩基酸無水物クロライドと必要に応じて使用するジカルボン酸及びテトラカルボン酸二無水物の使用量は、生成されるポリアミドイミド樹脂の分子量、架橋度の観点から酸成分の総量1.0モ

ルに対してジイソシアネート化合物又はジアミン化合物を0.8～1.1モルとすることが好ましく、0.95～1.08モルとすることがより好ましく、特に、1.0～1.08モル使用されることが好ましい。また、酸成分中、ジカルボン酸及びテトラカルボン酸二無水物は、これらの総量が0～50モル%の範囲で使用されるのが好ましい。

【0017】なお、ポリアミドイミド樹脂の数平均分子量は、樹脂合成時にサンプリングしてゲルパーミエーションクロマトグラフ(GPC)により、標準ポリスチレンの検量線を用いて測定し、目的の数平均分子量になるまで合成を継続することにより上記範囲に管理される。

【0018】本発明に用いられるポリアミドイミド樹脂は、数平均分子量が5,000～50,000のものが好ましい。数平均分子量が5,000未満では、塗膜としたときの、塗膜の耐熱性や機械的特性等の諸特性が低下する傾向があり、50,000を超えると、塗料として適正な濃度で溶媒に溶解したときに粘度が高くなり、塗装時の作業性に劣る傾向がある。このことから、数平均分子量は10,000～30,000とすることが好ましく、15,000～25,000とすることが特に好ましい。

【0019】また、カルボキシル基及び酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価が10～100であることが好ましく、10未満であると塩基性化合物と反応するカルボキシル基が不足するため、水溶化が困難となり、100を超えると最終的に得られる耐熱性樹脂組成物が経日にてゲル化しやすくなる。このことから、カルボキシル基及び酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価が20～80とすることがより好ましく、30～60とすることが特に好ましい。

【0020】なお、ポリアミドイミド樹脂のカルボキシル基及び酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価は、以下の方法で得ることができる。まず、ポリアミドイミド樹脂を約0.5gとり、これに1, 4-ジアザビスクロ〔2, 2, 2〕オクタンを約0.15g加え、さらに N -メチル-2-ピロリドンを約60g及びイオン交換水を約1ml加え、ポリアミドイミド樹脂が完全に溶解するまで攪拌する。これを0.05モル/lエタノール性水酸化カリウム溶液を使用して電位差滴定装置で滴定し、ポリアミドイミド樹脂のカルボキシル基及び酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価を得る。

【0021】本発明において、塩基性化合物としてはトリエチルアミン、トリブチルアミン、トリエチレンジアミン、 N -メチルモルフォリン等のアルキルアミン、メチルアニリン、ジメチルアニリン等のアルキルアニリン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ジプロパノールアミン、トリプロパノールアミン、 N -エチルエタノールアミン、 N , N -

ジメチルエタノールアミン、シクロヘキサノールアミン、N-メチルシクロヘキサノールアミン、N-ベンジルエタノールアミン等のアルカノールアミン類が適しているが、これら以外の塩基性化合物、例えば水酸化ナトリウムや水酸化カリウム等の苛性アルカリ又はアンモニア水等を使用してもよく特に制限はない。好ましくは、トリエチルアミン、N-メチルモルフォリン、トリエチレンジアミン、N, N-ジメチルエタノールアミンが使用される。

【0022】塩基性化合物は、上記の有機溶媒中で反応させて得られるポリアミドイミド樹脂中に含まれるカルボキシル基及び開環させた酸無水物基を合わせた酸価に対して、1~20当量用いられる。1当量未満では樹脂の水溶化が困難となり、20当量を越えると樹脂の加水分解が促進され、長期の保存により粘度又は特性低下をきたすことがある。このことから、カルボキシル基及び酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価に対して、2~10当量とすることが好ましく、3~8当量とすることが特に好ましい。

【0023】塩基性化合物はポリアミドイミド樹脂の末端にあるカルボキシル基と塩を形成して親水性基となる。塩形成に際しては水の共存下に行ってもよいし、塩基性化合物を添加した後、水を加えてもよい。塩を形成させる温度は0℃~200℃、好ましくは40℃~130℃の範囲で行われる。

【0024】塩基性化合物の種類と量及び水の添加方法によって、得られる水性樹脂組成物の形態はエマルジョン状、半透明溶液、透明溶液等となるが、貯蔵安定性、塗装作業性の点から、半透明あるいは透明溶液にすることが好ましい。水としてはイオン交換水が好ましく用いられ、(A)成分、(B)成分、(C)成分の合計量に対して好ましくは5~99重量%、より好ましくは20~60重量%配合される。この配合量が5重量%未満では含有する水が少ないことから一般に水溶性ポリマーとして称されず、99重量%を超えると塗料として機能しなくなる傾向がある。

【0025】このようにして得られた耐熱性樹脂組成物は使用する際に必要に応じて適当な濃度に希釈される。希釈溶媒としては、水、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルフォキシド、N-メチル-2-ピロリドン等の極性溶媒の他に、助溶媒として、ポリオール類、これらの低級アルキルエーテル化物、アセチル化物等を用いてもよい。例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、グリセリン、トリメチロールプロパン、イソプロピルアルコール、又はそれらのモノメチルエーテル化物、モノエチルエーテル、モノイソプロピルエーテル化物、モノブチルエーテル化物、ジメチルエーテル化物及びこれらのモノアセチル化物等が使用される。

【0026】本発明の製造法によって得られる耐熱性樹脂組成物は耐熱性、電気絶縁性、耐摩耗性及び耐薬品性等の諸特性に優れ、コイル含浸ワニス、ワイヤエナメル、ワニスクロス類等の電気絶縁用ワニスや、顔料又は充填剤等と混合して耐熱性電気絶縁用塗料、又は表面仕上げ剤等の用途に用いることができる。特に、塗料の塗膜成分として好ましい。

【0027】

【実施例】次に本発明の実施例について説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではなく、発明の主旨に基づいたこれら以外の多くの実施態様を含むことは言うまでもない。

【0028】実施例1

無水トリメリット酸1106.2g、4,4-ジフェニルメタンジイソシアネート1455.8g、N-メチル-2-ピロリドン2562.0gを温度計、攪拌機、冷却管を備えたフラスコに入れ、乾燥させた窒素気流中で攪拌しながら約2時間かけて徐々に昇温して130℃まで上げた。反応により生ずる炭酸ガスの急激な発泡に注意しながら130℃を保持し、このまま約6時間加熱を続けた後反応を停止させ、ポリアミドイミド樹脂溶液を得た。

【0029】このポリアミドイミド樹脂溶液の不揮発分(200℃-2h)は約50重量%で、粘度(30℃)は約85.0Pa・sであった。また、ポリアミドイミド樹脂の数平均分子量は約17,000で、カルボキシル基及び酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価は約40であった。なお、数平均分子量は次の条件にて測定した。

機種：日立 L6000

検出器：日立 L4000型UV

波長：270nm

データ処理機：ATT 8

カラム：Gelpack GL-S300MDT-5×2

カラムサイズ：8mmφ×300mm

溶媒：DMF/THF=1/1(リットル)+リン酸0.06M+臭化リチウム0.06M

試料濃度：5mg/ml

注入量：5μl

圧力：49kgf/cm² (4.8×10⁴Pa)

流量：1.0ml/min

【0030】このポリアミドイミド樹脂溶液2,700gを温度計、攪拌機、冷却管を備えたフラスコに入れ、乾燥させた窒素気流中で攪拌しながら徐々に昇温して50℃まで上げた。50℃に達したところでトリエチルアミンを447.1g(4当量)添加し、50℃に保ちながら十分に攪拌した後、攪拌しながら徐々にイオン交換水を加えた。最終的にイオン交換水が1348.8g(30重量%)となるまで加えて、透明で均一な耐熱性樹脂組成物を得た。

【0031】実施例2

無水トリメリット酸382.9g、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート503.9g、N-メチル-2-ピロリドン886.8gを温度計、攪拌機、冷却管を備えたフラスコに入れ、乾燥させた窒素気流中で攪拌しながら約1時間かけて徐々に昇温して80℃まで上げた。反応により生ずる炭酸ガスの急激な発泡に注意しながら80℃を保ち、加熱開始から約7時間加熱を続けた後反応を停止させ、ポリアミドイミド樹脂溶液を得た。このポリアミドイミド樹脂溶液の不揮発分(200℃-2h)は約50重量%で、粘度(30℃)は約80.0 Pa・sであった。また、ポリアミドイミド樹脂の数平均分子量は約15,000で、カルボキシル基及び酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価は約50であった。このポリアミドイミド樹脂溶液200gを温度計、攪拌機、冷却管を備えたフラスコに入れ、乾燥させた窒素気流中で攪拌しながら徐々に昇温して90℃まで上げた。90℃に達したところでN-メチルモルホリンを70.8g(8当量)添加し、90℃に保ちながら十分に攪拌した後、攪拌しながら徐々にイオン交換

【0032】実施例3

無水トリメリット酸233.8g、無水ベンゾフェノンテトラカルボン酸98.0g、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート384.6g、N-メチル-2-ピロリドン1671.6gを温度計、攪拌機、冷却管を備えたフラスコに入れ、乾燥させた窒素気流中で攪拌しながら約1時間かけて徐々に昇温して120℃まで上げた。反応により生ずる炭酸ガスの急激な発泡に注意しながら徐々に昇温して150℃まで上げ、加熱開始から5時間加熱を続けた後反応を停止させ、ポリアミドイミド樹脂溶液を得た。このポリアミドイミド樹脂溶液の不揮発分(200℃-2h)は約30重量%で、粘度(30℃)は約2.1 Pa・sであった。また、ポリアミドイミド樹脂の数平均分子量は約23,000で、カルボキシル基及び酸無水物基を合わせた酸価は約30であった。このポリアミドイミド樹脂溶液200gを温度計、攪拌機、冷却管を備えたフラスコに入れ、乾燥させた窒素気流中で攪拌しながら徐々に昇温して110℃まで上げた。110℃に達したところでN,N-ジメチルエタノールアミンを17.6g(6当量)添加し、110℃

に保ちながら十分に攪拌した後、攪拌しながら徐々にイオン交換水を加えた。最終的にイオン交換水が217.6g(50重量%)となるまで加えて、透明で均一な耐熱性樹脂組成物を得た。

【0033】比較例1

無水トリメリット酸876.9g、4,4'-ジフェニルメタンジイソシアネート1153.8g、N-メチル-2-ピロリドン4,738.3gを温度計、攪拌機、冷却管を備えたフラスコに入れ、乾燥させた窒素気流中で攪拌しながら約1時間かけて徐々に昇温して110℃まで上げた。反応により生ずる炭酸ガスの急激な発泡に注意しながら徐々に昇温して120℃まで上げた。加熱開始から約8時間加熱を続けた後反応を停止させ、ポリアミドイミド樹脂溶液を得た。このポリアミドイミド樹脂溶液の不揮発分(200℃-2h)は約30重量%で、粘度(30℃)は約1.8 Pa・sであった。また、ポリアミドイミド樹脂の数平均分子量は約21,000で、カルボキシル基及び酸無水物基を開環させたカルボキシル基を合わせた酸価は約35であった。

【0034】試験例

実施例1、2及び3に記載の耐熱性樹脂組成物、及び比較例1に記載のポリアミドイミド樹脂の樹脂特性(外観及び粘度)及び塗膜特性(強度、弾性率、伸び率、耐熱性)を調査し比較した。塗膜特性の強度、弾性率及び伸び率は以下の方法で試験を行った。実施例1、2及び3記載の耐熱性樹脂組成物及び比較例1記載のポリアミドイミド樹脂溶液をガラス板上に塗布し、100℃で10分間加熱し、さらに400℃で15分間加熱して硬化させ、ガラス板から剥離させて塗膜を得た(塗膜厚約15μm)。この塗膜を室温にて試験速度が5mm/minで塗膜の機械的特性を評価し、塗膜の強度、弾性率及び伸び率を比較した。

【0035】塗膜特性の耐熱性は、以下の方法で試験を行った。実施例1、2及び3記載の耐熱性樹脂組成物及び比較例1記載のポリアミドイミド樹脂溶液をガラス板上に塗布し、100℃で10分間加熱し、さらに400℃で15分間加熱して硬化させ、ガラス板から剥離させて塗膜を得た。この塗膜で熱重量分析(サンプル量10mg、昇温速度10℃/分、窒素30ml/分)を行い、それぞれの塗膜の耐熱性を比較した。試験の結果を表1に示す。

【0036】

【表1】

項目			実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
樹脂溶液組成	イオン交換水含有量 (重量%)		30.0	40.0	50.0	0.0
	有機溶剤含有量 (重量%)		37.5	35.9	17.2	70.0
塗料特性	外観 (目視)	初期	良好	良好	良好	良好
		35℃-30日	良好	良好	良好	良好
	粘度 (Pa・s, 30℃)	初期	3.44	3.12	8.21	1.82
		35℃-30日	3.48	3.07	8.29	1.94
塗膜特性	強度(MPa)		81.5	80.9	81.2	81.7
	弾性率(GPa)		2.5	2.2	2.6	2.3
	伸び率(%)		7.9	8.2	8.0	8.4
	耐熱性 (℃, 5%重量減少温度)		446	441	444	439

【0037】表1から、本発明の耐熱性樹脂組成物（実施例1、2及び3）は、比較例1と比較して、イオン交換水を含有しているにもかかわらず、塗料及び塗膜特性がほぼ同等に良好であることが分かる。

【0038】

【発明の効果】本発明の水溶性ポリアミドイミド樹脂系

耐熱性樹脂組成物は、イオン交換水含有により有機溶剤量を低減させたため、環境汚染や作業環境の悪化等の安全衛生面に対して有利であり、かつ、塗料及び塗膜特性が良好であることから、各種基材への絶縁皮膜をはじめ保護コート等の各種耐熱塗料用途にも好適に利用することができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁷

H01B 3/30

識別記号

F I

H01B 3/30

テームコード（参考）

N

Fターム(参考) 4J002 CM041 DE027 DE056 DF006
 EN026 EN036 EN066 EN106
 GH01 HA04 HA07
 4J038 DJ051 GA06 HA156 HA176
 HA306 JB03 JB06 JB09
 LA02 MA08 MA14 NA04 NA11
 NA14 NA21 NA27 PB09 PC02
 5G305 AA02 AA11 AB01 AB24 AB40
 BA05 BA09 CA24 CB16 CD20
 DA22